

**СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ****Метод определения кремния**

Magnesium alloys.  
Method for determination of silicon

**ГОСТ  
3240.8—76**

МКС 77.120.20  
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,003 до 0,6 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения кремния с молибденово-кислым аммонием при pH 1,35—1,50 с последующим восстановлением комплекса аскорбиновой кислотой. Окрашенный раствор фотометрируют при  $\lambda_{\max} = 680$  нм.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 3240.0.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.  
рН-метр, снабженный стеклянным электродом.

Бром по ГОСТ 4109.

Вода бромная, раствор, насыщенный при 15—18 °C.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы с молярной концентрацией  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 М) и 10 моль/дм<sup>3</sup> (10 М).

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 10$  моль/дм<sup>3</sup> (10 М): к 700 см<sup>3</sup> воды добавляют 280 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 М): 100 см<sup>3</sup> 10 М раствора серной кислоты разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656, насыщенный при 20 °C раствор; готовят следующим образом: 40 г борной кислоты растворяют в горячей воде, разбавляют примерно до 900 см<sup>3</sup>, охлаждают, разбавляют до объема 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Аммоний фтористый, 5 %-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный; готовят следующим образом: 140 г молибденовокислого аммония растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды. При необходимости перед применением отфильтровывают. pH раствора должно быть около 7.

Магний степени чистоты 99,99 % по ГОСТ 804, раствор; готовят следующим образом: 10,0 г магния помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, добавляют 200 см<sup>3</sup> воды и небольшими порциями 140 см<sup>3</sup> 1 М раствора серной кислоты. По окончании растворения раствора кипятят в течение 5 мин.

Раствор охлаждают, переносят с промывной водой в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Стакан ополаскивают, раствор разбавляют водой до метки и перемешивают.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

## С. 2 ГОСТ 3240.8—76

Калий углекислый безводный по ГОСТ 4221.

Кислота винная по ГОСТ 5817, 30 %-ный раствор.

Эксикаторы по ГОСТ 25336.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный свежеприготовленный раствор.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428, тонкоизмельченная, предварительно прокаленная при 1000 °C до постоянной массы и охлажденная в эксикаторе.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А; готовят следующим образом: в платиновом тигле взвешивают 0,2140 г двуокиси кремния, добавляют 2 г смеси равных количеств безводного углекислого натрия и безводного углекислого калия. Хорошо перемешивают платиновым шпателем и осторожно расплавляют до получения прозрачной массы. Плав охлаждают, растворяют в горячей воде и переливают раствор в пластмассовый стакан. Тигель промывают водой и промывные воды присоединяют к основному раствору. Затем раствор разбавляют водой примерно до 700 см<sup>3</sup>, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг кремния.

Раствор Б; готовят следующим образом: 50 см<sup>3</sup> раствора А отбирают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг кремния.

Для приготовления растворов и для проведения анализа используют бидистиллированную воду.

Растворы и реактивы, за исключением бромной воды, следует хранить в полизтиленовых сосудах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава берут в зависимости от массовой доли кремния в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески сплава, г	Аликвотные части раствора, см <sup>3</sup>	Количество реагентов для растворения пробы, см <sup>3</sup>	
			Бромная вода	Серная кислота
От 0,003 до 0,05	1	50	75	14
Св. 0,05 » 0,6	0,5	10	50	30

Навеску помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют бромную воду, а затем небольшими порциями при охлаждении добавляют 10 М раствор серной кислоты в количествах, указанных в табл. 1. Во время растворения бромную воду надо подливать таким образом, чтобы раствор был всегда окрашен. Прокипятить раствор до удаления брома, его разбавляют водой примерно до 100 см<sup>3</sup> и переливают в пластмассовый стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>. Стакан, в котором проводили растворение, промывают водой и промывные воды присоединяют к основному раствору, затем добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70 °C. После этого добавляют 50 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты и перемешивают.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор переливают в пластмассовый стакан и отбирают две аликвотные части, количества которых указаны в табл. 1. Одну из аликвотных частей переносят в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и при необходимости разбавляют до 50 см<sup>3</sup>.

К аликвотной части, находящейся в стакане, добавляют 5 см<sup>3</sup> молибденокислого аммония и перемешивают, pH раствора проверяют с помощью pH-метра (значение pH должно быть равно 1,35—1,50). При необходимости, значение pH корректируют, добавляя 1 М раствор серной кислоты из бюретки. После каждой добавки раствор перемешивают. Затем доводят объем раствора до 65 см<sup>3</sup> и еще раз проверяют pH.

К соответствующей аликвотной части, находящейся в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 1 н. раствор серной кислоты в количестве, указанном в предварительном опыте при контроле pH, разбавляют, если необходимо, до 60 см<sup>3</sup> и перемешивают, затем добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора

молибденовокислого аммония, перемешивают и оставляют на 10 мин. После этого добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 10 см<sup>3</sup> 10 н. раствора серной кислоты и 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при  $\lambda_{\max} = 680$  нм, пользуясь соответствующими кюветами.

Параллельно проводят контрольный опыт с использованием реагентов, количества которых указаны в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.2. Построение градуировочного графика

#### 3.2.1. Построение градуировочного графика для навески массой 1 г

В восемь пластмассовых стаканов вместимостью по 250 см<sup>3</sup> каждый вводят по 100 см<sup>3</sup> раствора сернокислого магния, содержащего 1 г магния, затем приливают 0; 3,0; 5,0; 7,0 и 9,0 см<sup>3</sup> раствора Б и 1,0; 3,0 и 5,0 см<sup>3</sup> раствора А, что соответствует 0; 0,03; 0,05; 0,07; 0,09; 0,10; 0,30; 0,50 мг кремния.

После этого в каждый стакан добавляют по 5 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70 °С, затем добавляют 50 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры и переливают растворы в мерные колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup>. Стаканы ополаскивают, промывные воды присоединяют к основному раствору, после чего разбавляют до метки водой, перемешивают и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

#### 3.2.2. Построение градуировочного графика для навески массой 0,5 г

В шесть пластмассовых стаканов вместимостью по 250 см<sup>3</sup> каждый вводят по 50 см<sup>3</sup> раствора сернокислого магния, содержащего 0,5 г магния, 25 см<sup>3</sup> 10 М раствора серной кислоты и 0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0 и 30,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А, что соответствует 0; 0,25; 0,50; 1,00; 2,50 и 3,00 мг кремния.

Растворы разбавляют до 100 см<sup>3</sup>, вводят в каждый стакан по 5 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония, перемешивают пластмассовой палочкой и оставляют на 15—20 мин при 60—70 °С.

Затем добавляют 50 см<sup>3</sup> борной кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры, переливают растворы в мерные колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой, перемешивают и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов строят градуировочные графики.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### 4.1. Массовую долю кремния ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{m_1 \cdot V_1},$$

где  $m$  — масса кремния, найденная по градуировочному графику, г;

$V$  — объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликовой части раствора, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 3

Массовая доля кремния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,003 до 0,009	0,0015
Св. 0,009 » 0,02	0,0025
» 0,02 » 0,06	0,005
» 0,06 » 0,20	0,010
» 0,20 » 0,60	0,03

## **С. 4 ГОСТ 3240.8—76**

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3

## **5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ**

Для контроля точности измерений массовой доли кремния от 0,003 до 0,6 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, а также отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли кремния методом добавок.  
Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

## **ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889**

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 3240—56 в части разд. IV**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8.315—97	Разд. 5	ГОСТ 4221—76	Разд. 2
ГОСТ 83—79	Разд. 2	ГОСТ 5817—77	Разд. 2
ГОСТ 804—93	Разд. 2	ГОСТ 9428—73	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1	ГОСТ 9656—75	Разд. 2
ГОСТ 3765—78	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	Разд. 5
ГОСТ 4109—79	Разд. 2	ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2		

**5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)**

**6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)**